

1 / 1 WPAT - ©Thomson Derwent

**Accession Nbr :**

1978-82414A [46]

**Title :**

High efficiency liquid reactions - in which thin layer components are driven round jacketed tube by ultrahigh speed gas stream (NL 7.11.78)

**Derwent Classes :**

A18 A28 J04

**Patent Assignee :**

(FARB ) BAYER AG

**Inventor(s) :**

CASPER C; HETZEL H; KLUSSMANN H


**Nbr of Patents :**


12


**Nbr of Countries :**


10

**Patent Number :**


 DE2719967 A 19781109 DW1978-46 \*


 NL7710751 A 19781107 DW1978-47


 JP53137073 A 19781130 DW1979-02


 FR2389406 A 19790105 DW1979-06


BR7707153 A 19790807 DW1979-34


 GB1565304 A 19800416 DW1980-16


 CA1100293 A 19810505 DW1981-28

 CH-637309 A 19830729 DW1983-32

 NL-175831 B 19840801 DW1984-33

 US4472558 A 19840918 DW1984-40

 IT1090219 B 19850626 DW1986-32

 DE2719967 C 19890406 DW1989-14

10/547440

JC17 Rec'd PCI/PTO 26 AUG 2005

**Priority Details :**

1977DE-2719967 19770504

**IPC s :**

B01F-003/04 B01F-005/00 B01J-001/00 B01J-019/00 C08F-002/00 C08G-018/08 C08G-085/00

**Abstract :**

DE2719967 A

Continuous reactions between liquids at liquid/gas interface are carried out in a multi-phase flow tube with liquid annular flow for dissolved/dispersed constituents, with heat exchange between the liquid(s) and the tube wall or the gas(es). The thin annular flow layer, at absolute pressure 10mm bar -100 bar and viscosity 100-10,000 P, of a spiral multi-phase flow tube of i.d. 3-100mm (preferably 40-50mm) and dia/length ratio (1/400-1/2,000, is driven by a gas flow speed of 20m/sec. up to the speed of sound into a circular stream at the tube wall and into intensive reactivity, the gas stream impels the liquid for an average time of less than 8 mins. (pref. 2 mins) and gas byproducts are removed in the process.

A static reactor but one enabling even higher viscosity components to meet at such pressures as to produce high speed high efficiency reactions, optimal thermal state of reaction by heat exchange over a very short distance, liquids of viscosity up to 10,000 poises can be used, the centrifugal forces cause the gas to be liquid-free, no back-: flow arises, there are no rotating parts.

**Manual Codes :**

CPI: A10-D A10-D01 A10-D04 J04-X

**Update Basic :**

1978-46

**Update Equivalents :**

1978-47; 1979-02; 1979-06; 1979-34; 1980-16; 1981-28; 1983-32; 1984-33; 1984-40; 1986-32; 1989-14

①⑨ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ Patentschrift  
⑪ DE 27 19 967 C 2

⑳ Aktenzeichen: P 27 19 967.3-41  
㉑ Anmeldetag: 4. 5. 77  
㉒ Offenlegungstag: 9. 11. 78  
㉓ Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung: 6. 4. 89

⑤① Int. Cl. 4:  
B01J 19/00  
C 08 G 18/02  
C 08 F 2/00

DE 27 19 967 C 2

Innerhalb von 3 Monaten nach Veröffentlichung der Erteilung kann Einspruch erhoben werden

㉔ Patentinhaber:  
Bayer AG, 5090 Leverkusen, DE

㉕ Erfinder:  
Casper, Clemens, Dr., 4150 Krefeld, DE; Hetzel,  
Hartmut, Dr., 5000 Köln, DE; Klussmann, Henning,  
4049 Rommerskirchen, DE; Lehr, Günter, Dr.;  
Sajben, Johannes, 4150 Krefeld, DE

⑤⑥ Für die Beurteilung der Patentfähigkeit  
in Betracht gezogene Druckschriften:

GB 7 40 051  
US 38 34 441  
US 35 50 669

ULLMANN: Encyklopädie d.techn. Chemie, 4. Aufl.,  
Bd. 2, S. 659;  
ULLMANN: Encyklopädie d.techn. Chemie, 4. Aufl.,  
Bd. 3, S. 322, 323 u. 379-381;

⑤④ Kontinuierliches Verfahren zur Durchführung von Polymerisations-Polyadditions- oder  
Polykondensationsreaktionen in einem Rohrreaktor

DE 27 19 967 C 2

## Patentansprüche

1. Kontinuierliches Verfahren zur Durchführung von Polymerisations-, Polyadditions- oder Polykondensationsreaktionen zwischen Flüssigkeiten oder Flüssigkeit(en) und einem Gas in einem Rohrreaktor, dadurch gekennzeichnet, daß in einem stetig gewendelten Rohrreaktor mit rundem Querschnitt und einem Durchmesser zwischen 3 und 100 mm bei einem Verhältnis Rohrdurchmesser zu Rohrlänge von 1 : 400 bis 1 : 2000 und bei einem Verhältnis von Rohrdurchmesser zu Krümmungsdurchmesser von 0,1 bis 0,5 sowie bei einem Absolutdruck von 10 mbar bis 100 bar ein Gasstrom mit einer über die gesamte Rohrlänge aufrechterhaltenen, von 20 m/s bis Schallgeschwindigkeit reichenden Geschwindigkeit sowie die flüssige(n) Reaktionskomponente(n) so eingeführt werden, daß eine flüssige dünn-schichtige Ringströmung entsteht, die eine Viskosität von 1 bis 1000 Pa s aufweist und von der Gasströmung so vorwärtsgetrieben wird, daß sich eine mittlere Verweilzeit der Flüssigkeit im Rohrreaktor von weniger als 8 Minuten einstellt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß dem Gasstrom in bestimmten Abständen Stoffe zugesetzt oder Gase entnommen werden.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß als Gasstrom ganz oder teilweise inerte oder schwach polare Lösungsmittel oder Lösungsmittelgemische, gegebenenfalls unter Druck erwärmt, eingeführt werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß durch abschnittsweises Beheizen oder Kühlen des gewendelten Rohrreaktors das produktspezifische Temperaturprofil eingestellt wird.

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren gemäß Oberbegriff des Patentanspruchs 1.

Für die Durchführung eines Reaktionsprozesses werden Systeme verlangt, in denen die einzelnen Teilchen der Reaktionspartner schnell in einen engen Kontakt miteinander kommen können. Das bedingt dünne Volumenschichten, um die Transportwege klein zu halten und die Oberfläche des Reaktionsraumes groß zu machen, intensive Durchmischung innerhalb der Volumenschicht, Entfernung der nicht mehr benötigten Stoffkomponenten aus dem Reaktionsraum und einen schnellen Wärmetransport.

Es gibt eine ganze Reihe von Verfahren zur Durchführung solcher Reaktionen, die in der Flüssigphase oder an der Grenzfläche zwischen Flüssigkeit und Gasphase ablaufen.

So wird bei dem heutigen Stand der Technik meistens ein Verfahren im Rührkessel benutzt. Dabei werden die Reaktionskomponenten an verschiedenen Stellen in den Rührkessel eingespeist und die einzelnen Teilchen durch Umwälzung des Gemisches mittels rotierender Elemente miteinander in Kontakt gebracht. Die Wärme wird über die Kesselwände zu- bzw. abgeführt. Nachteilig bei diesem Verfahren sind jedoch die großen Transportwege innerhalb der Phase, die ungleichmäßige Behandlung des Produktes, das breite Verweilzeit-spektrum, der schlechte Wärme- sowie Stoffaustausch, die hohen Investitionskosten und die Störanfälligkeit

infolge der mechanischen Rührer.

Ein anderes Verfahren benützt die Blasensäule, welches sich besonders bei Grenzflächenreaktionen zwischen Gas und Flüssigkeit eignet. Die Blasensäule besteht aus einem Rohr, das von der Flüssigkeit durchströmt wird. Durch die Flüssigkeit perlen im Gleich- oder Gegenstrom Gasblasen und bilden damit eine große Grenzfläche zwischen Flüssigkeit und Gas, an denen die Reaktion abläuft. Die Wärme wird über die Rohrwand zu- oder abgeführt. Nachteilig bei diesem Verfahren sind die Einschränkung auf dünnflüssige Medien, das große Flüssigkeitsvolumen, der schlechte Wärmeaustausch und die unvermeidbare Rückvermischung, verbunden mit einem breiten Verweilzeitspektrum.

Ein Verfahren, das sich besonders für hochviskose Produkte eignet, wird in einer Doppel- oder Vierwellenschnecke durchgeführt. Infolge des Gegenlaufs der Schneckenwellen werden die Stoffkomponenten laufend intensiv durchmischt. Die Wärme wird über die Wellenleistung oder über die Wände zugeführt und über die Wände abgeführt. Nicht mehr benötigte Stoffkomponenten können über Dampfdome abgezogen werden. Nachteilig bei diesem Verfahren sind die großen Kosten, die Beschränkung der Anwendung auf hochviskose Produkte, die rotierenden Teile und die kleine Phasentrennfläche. Auch macht sich bei exothermen Prozessen die Wellenleistung störend bemerkbar, da sie als Wärme zusätzlich zur Prozeßwärme abgeführt werden muß.

Für die Durchführung von Reaktionen kann auch ein Rohrreaktor benutzt werden, der aus geraden Rohrstücken mit dazwischengeschalteten Krümmern besteht, in denen die Flüssigkeit umgelenkt und dabei intensiv durchmischt wird. Während der Durchströmung des Rohres findet die Reaktion statt, wobei der Wärmeaustausch direkt mit einem Wärmeträgermittel im Mantelraum stattfindet. Nachteilig ist die Ausfüllung des gesamten Strömungsquerschnittes des Rohres mit der Produktflüssigkeit, was lange Transportwege erfordert, die Beschränkung der Vermischung auf die Krümmerabschnitte und die fehlende Möglichkeit zum Stoffaustausch.

Weiter sind Rohrreaktoren bekannt, die aus mehreren durch Krümmern miteinander verbundenen geraden Rohren bestehen. Dieser Reaktor für eine ausschließliche Gas-Flüssig-Reaktion ist nur bei niederviskosen Flüssigkeiten einsetzbar.

Die Gefahr des Mitreißen von Gaströpfchen und dadurch eine unterschiedliche Behandlung der einzelnen Produktteilchen ist sehr groß, was einerseits den Wirkungsgrad des Verfahrens und andererseits die Qualität des Produktes herabsetzt.

Aus US-PS 35 50 669 ist ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Durchführen von Verdampfungen und Reaktionen mit Gasbildung bekannt, wobei das Produkt unter Druck aufgeheizt, mittels einer Düse expandiert und anschließend in ein Verdampfungsrohr eingeführt wird, welches aus zwei ineinanderangeordneten Rohren, zwischen denen ein rechteckiger, schraubenförmig gekrümmter Kanal vorgesehen ist, besteht. An das Auslaufende des Kanals schließt sich ein Abscheider an. Das von der Düse versprühte flüssige Produkt wird während des Verdampfens durch Zentrifugalkraft in eine gasförmige und eine flüssige Phase getrennt, wobei die flüssige Phase eine Bachströmung bildet, welche durch die mit erheblich höherer Geschwindigkeit strömende Gasphase weitergetrieben wird. Für die Durchführung chemischer Reaktionen, welche eine große stofftransport-

bedingte Oberfläche benötigen, ist diese Technik nicht geeignet, weil die Ausbeute zu gering wäre.

Es ist auch bekannt, Polymerlösungen in einem gewendelten, sogenannten Mehrphasenströmungsrohr mit rundem Querschnitt einzudampfen (US-PS 38 34 441). Dabei wird in gleicher Weise wie bei dem zuvor beschriebenen Verfahren das Produkt in das Rohr hineingepumpt, wobei in Strömungsrichtung ein Druckgefälle aufrechterhalten wird und mit zunehmender Eindampfung die Gasgeschwindigkeit bis zum Einlaß hin auf Schallgeschwindigkeit gesteigert wird, indem dieser Gasstrom die sich ausbildende, hochviskose flüssige Ringströmung vorwärtstreibt.

Auch dieses Verfahren ist für die Durchführung chemischer Reaktionen nicht geeignet, weil auch hier unter den gegebenen Verfahrensbedingungen keine wirtschaftliche Ausbeute erzielbar ist.

Es ist ein Verfahren zu finden, bei dem in einem Rohrreaktor Ausgangskomponenten, wovon mindestens eine Flüssigkeit sein muß, auch bei hoher Viskosität so intensiv miteinander in Kontakt gebracht werden, daß eine oder mehrere Reaktionen mit großer Geschwindigkeit ablaufen, wobei alle beim Prozeß anfallenden, nicht mehr benötigten Nebengase bzw. Dämpfe unmittelbar aus der Reaktionszone entfernt werden können und die optimale Reaktionswärme durch Wärmeaustausch auf kürzestem Wege einzustellen ist.

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die Maßnahmen des Kennzeichens des Patentanspruchs 1 gelöst.

Dadurch, daß bereits ein Gasstrom mit hoher Geschwindigkeit mit in den Rohrreaktor eingespeist wird, bildet sich die für die Reaktion erforderliche, den Stofftransport begünstigende Ringströmung sofort aus, so daß überraschenderweise die Länge des Rohrreaktors ausreichend kurz gehalten werden kann, damit die Energie des die zähe Ringströmung antreibenden Gasstroms, welche stark abgebaut wird, zum Transport durch den gesamten Rohrreaktor ausreicht. Der Umsetzungsgrad bei der Reaktion und damit die Wirtschaftlichkeit hängen dabei auch wesentlich mit von den weiteren Parametern ab, welche ebenfalls Einfluß auf die Ausbildung der Ringströmung, der Zirkularströmung und damit letztendlich der Ausbeute bei hoher Produktqualität Einfluß haben.

Es ist erstaunlich, daß Flüssigkeiten mit einer Viskosität von 1 bis 100 Pa s ohne teure mechanische Fördermittel nur durch einen Gasstrom in einem langen Rohr so zu bewegen sind, daß einerseits keine Anbackungen, die zu Produktschäden durch Überhitzung führen können, entstehen und andererseits die dünne Flüssigkeitsschicht nicht zerreißt. Durch die Zentrifugalkräfte ist der Gasstrom frei von Flüssigkeit. Als weiterer Vorteil ist zu nennen, daß keine Rückvermischung eintritt, so daß durch die gleiche Verweilzeit infolge des gleichmäßigen Durchlaufes der Flüssigkeit durch den Rohrreaktor eine hohe Güte des Endproduktes erzielt wird.

Der für das erfindungsgemäße Verfahren erforderliche Rohrreaktor ist kompakt und einfach im Aufbau. Durch das Fehlen drehender Teile im Produktstrom ist der Rohrreaktor wenig störanfällig.

Gemäß einer besonderen Ausführungsform des Verfahrens werden dem Gasstrom in bestimmten Abständen Stoffe zugesetzt oder Gase entnommen.

Durch die Zugabe von Reaktionskomponenten, Katalysatoren und/oder temperierten Treibgasen durch in bestimmten Abständen angebrachte Düsen im Gasstrom ist es möglich, den Reaktionsverlauf über Druck,

Temperatur und Durchflußgeschwindigkeit abschnittsweise zu beeinflussen. In anderen Fällen ist dagegen die Entnahme von Gasen oder Dämpfen sinnvoll, um den Druck zu erniedrigen oder die Geschwindigkeit des Gasstromes zu vermindern. Durch aerodynamische Ausbildung der durch die Rohrwandung geführten Kanäle wird ein Aufreißen der Ringströmung vermieden.

Gemäß einer anderen Ausführungsform des Verfahrens werden als Gasstrom ganz oder teilweise inerte oder schwach polare Lösungsmittel bzw. Lösungsmittelgemische, gegebenenfalls unter Druck erwärmt, zugesetzt.

Durch die Verwendung bestimmter Gase oder Dämpfe können einerseits die Reaktion und andererseits Druck, Temperatur bzw. Geschwindigkeit des Gases unabhängig voneinander beeinflußt werden, um optimale Verfahrensbedingungen zu erzielen.

Vorzugsweise wird durch abschnittsweises Beheizen oder Kühlen des gewendelten Rohrreaktors das produktspezifische Temperaturprofil eingestellt.

Durch die genaue Temperaturführung ist es möglich, eine maximale Ausbeute zu erzielen, indem Reaktions- und Zerfallsgeschwindigkeit optimal eingestellt werden. Gleichzeitig kann eine Produktschädigung durch Überhitzung vermieden werden.

In einer ergänzenden Ausführungsform des Verfahrens reagieren Ausgangskomponenten vor Eintritt in den gewendelten Rohrreaktor in einer ersten Reaktionsstufe bis zu einem Umsatzgrad von 30–80%, vorzugsweise 50–70%, des Gesamtreaktionsumsatzes vor.

Manchmal ist es wirtschaftlicher, eine Vorreaktion in einem Behälter durchzuführen. Die weitere Reaktion erfolgt dann wegen der höheren Viskosität der Flüssigkeit in dem stetig gewendelten Rohrreaktor.

In einem erweiterten Verfahren erfolgt eine Nachreaktion und/oder Nachentgasung des fertigen Produktes in einer dem Rohrreaktor nachgeschalteten Schnecke.

Durch die nachgeschaltete Schnecke wird der hochviskose Stoff vollständig entgast, was für das Fertigprodukt sehr vorteilhaft ist. Gleichzeitig kann bei hochviskosen Produkten eine Nachreaktion vorgenommen werden. Auch ist es möglich, eine Rückwärtsentgasung über die Schnecke vorzunehmen.

Ausführungsbeispiele der Erfindung werden im folgenden näher beschrieben.

Die flüssigen Ausgangskomponenten werden in einem Rührkessel gemischt und erforderlichenfalls vorreagiert. Nach der notwendigen Wärmebehandlung in einem Wärmeaustauscher wird das Gemisch in den Rohrreaktor zusammen mit Gas eingeleitet. Es bildet sich eine Ringströmung aus, die kontinuierlich durch den Rohrreaktor fließt.

Die Reaktion läuft dabei innerhalb der Flüssigkeitsschicht und/oder an der Grenzfläche Flüssigkeit-Gas ab. Der hierfür erforderliche Wärmeaustausch erfolgt über die Rohrwandung und/oder über den in der Ringströmung fließenden Gasstrom, der auch gleichzeitig die nicht mehr benötigten gasförmigen Nebenprodukte abtransportiert. Die Trennung von Gas und Flüssigkeit geschieht im nachgeschalteten Abscheider oder in einer Schnecke.

#### Beispiel 1

##### 1. Art der Reaktion

Polyaddition

## 2. Ausgangsprodukt

30 Gew.-Teile Polyester aus Adipinsäure und Butandiol-1,3: Hydroxylzahl 52,2; Säurezahl 0,6)  
52,9 Gew.-Teile Toluol  
0,48 Gew.-Teile Butandiol-1,4  
4,84 Gew.-Teile Diphenylmethan-4,4-diisocyanat

## 3. Endprodukt und Stoffdaten

Polyurethan-Polymerisat-Lösung  
Endviskosität 111 Pa s bei 20°C, 15%ig in Methyläthylketon

## 4. Zustandsbedingungen

Eintrittstemp. (°C): 190  
Austrittstemp. (°C): 190  
Eintrittsdruck (bar): 7  
Austrittsdruck (bar): 0,15

## 5. Geometrie: Stetig gewendeltes Rohr

Rohrdurchmesser (m):  $14 \cdot 10^{-3}$   
gestreckte Rohrlänge (m): 9  
Rohrdurchmesser/Krümmungskreisdurchmesser (/): 0,1

## 6. Leistung

Durchsatz (kg/h): 30  
Umsatz (kg/h): 0,995  
Verweilzeit (min): 1

## 7. Sonstige Bemerkungen

Vormischung im Rührkessel  
Austragung über großmäulige Zahnradpumpe  
parallele Ausdampfung des Toluols im Strömungsrohr

## Beispiel 2

## 1. Art der Reaktion

katalytische Polyaddition

## 2. Ausgangsprodukt

30 Gew.-Teile Polyester aus Adipinsäure und Hexandiol-1,6 Hydroxylzahl 133,3; Säurezahl 0,7)  
54,4 Gew.-Teile Toluol  
6,44 Gew.-Teile Toluylendiisocyanat  
0,012 Gew.-Teile Trimethylolpropan  
0,0005 Gew.-Teile Eisen(III)-acetylacetonat

## 3. Endprodukt und Stoffdaten

Polyurethan;  
Endviskosität: 4430 Pa s bei 20°C; 30%ig in Äthylacetat

## 4. Zustandsbedingungen

Eintrittstemp. (°C): 190  
Austrittstemp. (°C): 190  
Eintrittsdruck (bar): 6,5  
Austrittsdruck (bar): 0,1

## 5. Geometrie: Stetig gewendeltes Rohr

Rohrdurchmesser (m):  $14 \cdot 10^{-3}$   
gestreckte Rohrlänge (m): 9  
5 Rohrdurchmesser/Krümmungskreisdurchmesser (/): 0,1

## 6. Leistung

10 Durchsatz (kg/h): 30  
Umsatz (kg/h): 0,99  
Verweilzeit (min): 1

## 7. Sonstige Bemerkungen

15 Vormischung im Rührkessel  
Austragung über großmäulige Zahnradpumpe  
parallele Ausdampfung des Toluols im Zweiphasenströmungsrohr

## Beispiel 3

## 1. Art der Reaktion

25 Polyaddition-Zweistufenverfahren

## 2. Ausgangsprodukt

1. Stufe:  
30 20 Gew.-Teile Hexandiolpolycarbonat Hydroxylzahl 112,5; Säurezahl 0,1)  
20 Gew.-Teile Polypropylenglykoläther  
9,4 Gew.-Teile Toluylendiisocyanat  
0,016 Gew.-Teile Trimethylolpropan  
35 0,0006 Gew.-Teile Eisen(III)-acetylacetonat

2. Stufe:  
0,219 kg/h Butandiol-1,4, 49,4 Gew.-Teile Toluol

## 3. Endprodukt und Stoffdaten

40 Polyurethan;  
Endviskosität: 3980 Pa s bei 20°C; 30%ig in Äthylacetat

## 4. Zustandsbedingungen

45 Eintrittstemp. (°C): 190  
Austrittstemp. (°C): 190  
Eintrittsdruck (bar): 7  
50 Austrittsdruck (bar): 0,1

## 5. Geometrie: Stetig gewendeltes Rohr

55 Rohrdurchmesser (m):  $14 \cdot 10^{-3}$   
gestreckte Rohrlänge (m): 9  
Rohrdurchmesser/Krümmungskreisdurchmesser (/): 0,1

## 6. Leistung

60 Durchsatz (kg/h): 30  
Umsatz (kg/h): 0,99  
Verweilzeit (min): 1

## 7. Sonstige Bemerkungen

65 1. Stufe im Rührkessel; 15 min bei 120°C  
Einmischung von Butandiol hinter Vorheizler, Austragung

gung über großmäulige Zahnradpumpe, parallele Ausdampfung des Toluols im Strömungsrohr

#### Beispiel 4

##### 1. Art der Reaktion

Polykondensation

##### 2. Ausgangsprodukt

Vorratsgefäß 1

1944 Gew.-Teile Harnstoff

2043 Gew.-Teile Melamin

6570 Gew.-Teile Formalin

Vorratsgefäß 2

21 586 Gew.-Teile Polyäther (Propylenoxid-Äthylenoxid)

53 Gew.-Teile 85%ige Phosphorsäure

29 Gew.-Teile 1 N Natronlauge

##### 3. Endprodukt und Stoffdaten

20%ige Aminoplastidsperions in Polyäther

Endviskosität: 174 Pa s bei 25°C

##### 4. Zustandsbedingungen

Eintrittstemp. (°C): 100

Austrittstemp. (°C): 100

Eintrittsdruck (bar): 4

Austrittsdruck (bar): 0,02

##### 5. Geometrie: Stetig gewendertes Rohr

Rohrdurchmesser (m):  $9 \cdot 10^{-3}$

gestreckte Rohrlänge (m): 6

Rohrdurchmesser/Krümmungskreisdurchmesser ( $\ell$ ): 0,15

##### 6. Leistung

Durchsatz (kg/h): 6,5

Umsatz (kg/h): 1,0

Verweilzeit (min): 0,6

##### 7. Sonstige Bemerkungen

Herstellung des Reaktionsgemisches über statische Mischer (aus Vorratsgefäß 1: 35,2 g/min; aus Vorratsgefäß 2: 71,95 g/min)  
parallele Ausdampfung des Wassers im Strömungsrohr

#### Beispiel 5

##### 1. Art der Reaktion

Anionische Massepolymerisation

##### 2. Ausgangsprodukt

99%, 1% Tetrahydrofuran

Initiator: 195 mMol/h Butyllithium-, 1 m in Hexan

Stopper: 225 g/h Methanol

##### 3. Endprodukt und Stoffdaten

Polymerisat

Intrinsicviskosität 25°C in THF, dl/g: 0,65

5 Schmelzindex 200°C; 21,6 kp, AST DM D 1238—65, Tg: 16

Biegefestigkeit DIN 53 452, kp/cm<sup>2</sup>: 1100

##### 4. Zustandsbedingungen

10

Eintrittstemp. (°C): 20

Austrittstemp. (°C): 220

Eintrittsdruck (bar): 6,4

Austrittsdruck (bar): 0,7

15

##### 5. Geometrie: Stetig gewendertes Rohr

Rohrdurchmesser (m):  $17 \cdot 10^{-3}$

gestreckte Rohrlänge (m): 18

20 Rohrdurchmesser/Krümmungskreisdurchmesser ( $\ell$ ): 0,1

##### 6. Leistung

25 Durchsatz (kg/h): 30

Umsatz (kg/h): 0,75

Verweilzeit (min): 3

##### 7. Sonstige Bemerkungen

30

Restmonomere werden ausgedampft

Austrag über Schneckenmaschine

#### Beispiel 6

##### 1. Art der Reaktion

Pfropf-Copolymerisation

##### 2. Ausgangsprodukt

20%ige Lösung eines Styrol-Acrylnitril-Copolymeren (SAN) (26 Gew.-Teile ACN + 62 Gew.-Teile Styrol) mit Lösungsviskosität (DMF) L-Wert 90 und einer Uneinheitlichkeit des Molekulargewichts  $Un \approx 0,9$  in einem Gemisch aus 40 Gew.-% Acrylnitril (ACN) und 60 Gew.-% Styrol und/oder Zusätze an Regler bzw. Aktivator (z. B. 0,05% n-Dodecylmercaptan)

##### 3. Endprodukt und Stoffdaten

50 SAN-Pfropfcopolymerisate enthaltend 28% ACN mit L-Wert 70 und  $Un$  1,9, Restmonomergehalt 0,5%

55 Aussehen: Transparent, farblos

##### 4. Zustandsbedingungen

60 Eintrittstemp. (°C): 142°C

Austrittstemp. (°C): 160°C

Eintrittsdruck (bar): 14 bar

Austrittsdruck (bar): 100 mm bar

##### 5. Geometrie: Stetig gewendertes Rohr

65

Rohrdurchmesser (m): 0,015

gestreckte Rohrlänge (m): 6,7

Rohrdurchmesser/Krümmungskreisdurchmesser ( $\ell$ ):

PS 27 19 967

9

10

0,5 m

6. Leistung

Durchsatz (kg/h) : 7,0

Umsatz (kg/h) : 4,2

Verweilzeit (min) : 5 Minuten

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65